

(19)日本国特許庁(JP)

(12)公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開2004-18597

(P2004-18597A)

(43)公開日 平成16年1月22日(2004.1.22)

(51)Int. C1.7

C 10M 169/02
C 10M 105/04
C 10M 105/38
C 10M 107/08
C 10M 115/08

F 1

C 10M 169/02
C 10M 105/04
C 10M 105/38
C 10M 107/08
C 10M 115/08

テーマコード(参考)

3 J 101
4 H 104

審査請求 未請求 請求項の数 2

OL

(全10頁) 最終頁に続く

(21)出願番号

特願2002-172958(P2002-172958)

(22)出願日

平成14年6月13日(2002.6.13)

(71)出願人 000102692

N T N株式会社

大阪府大阪市西区京町堀1丁目3番17号

(74)代理人 100100251

弁理士 和氣 操

(72)発明者 三上 英信

三重県桑名市大字東方字尾弓田3066 N T
N株式会社内

Fターム(参考) 3J101 AA01 AA42 CA12 CA32 EA64

FA01 FA06 FA35 FA60 GA01

GA31 GA34 GA41 GA51

4H104 BA06A BB34A BE07C BE13B BG14C

BG17C BH07C CA04A EA02A FA02

PA01 QA18

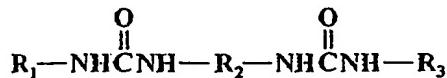
最終頁に続く

(54)【発明の名称】潤滑組成物および該潤滑組成物封入軸受

(57)【要約】 (修正有)

【課題】静音性と高温高速耐久性を兼ね備え、かつ回転トルクが小さく、フレッティング性に優れた潤滑組成物およびこの潤滑組成物を封入した潤滑組成物封入軸受を提供する。

【解決手段】基油、増ちょう剤および添加剤を含む潤滑組成物において、(A)基油が合成炭化水素油とエステル油の混合油であり、(B)増ちょう剤が、潤滑組成物全体に対して、5～20重量%含む下記式(1)の脂肪族ジウレア化合物であり、(C)添加剤が、アミン系酸化防止剤およびイオウを含む酸化防止剤を、該酸化防止剤を除いた潤滑組成物全体に対して、それぞれ0.1～3重量%配合された酸化防止剤である。



(1)

(ここで、R₁およびR₃は炭素数6～20の脂肪族炭化水素基であり、R₂は炭素数6～15の芳香族炭化水素基である)

【選択図】 なし

【特許請求の範囲】

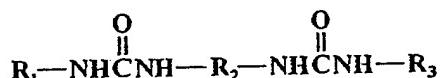
【請求項 1】

基油、増ちょう剤および添加剤を含む潤滑組成物において、前記基油は、以下の特性を有する混合油であり、

- (イ) 組成が合成炭化水素油とエステル油の混合油；
- (ロ) 前記混合油の 40℃における動粘度が 70 mm²/sec 以下；
- (ハ) 前記混合油全体に対する前記エステル油の割合が 30～70 重量%；
- (ニ) 前記合成炭化水素油および前記エステル油の 40℃における動粘度がそれぞれ 40 mm²/sec 以上；

前記増ちょう剤は、潤滑組成物全体に対して、5～20 重量%含む下記式 (1) で示さ 10 れる脂肪族ジウレア化合物であり、

【化 1】



(1)

(ここで、R₁ および R₃ は炭素数 6～20 の脂肪族炭化水素基であり、R₂ は炭素数 6～15 の芳香族炭化水素基である)

前記添加剤は、アミン系酸化防止剤およびイオウを含む酸化防止剤を、該酸化防止剤を除いた潤滑組成物全体に対して、それぞれ 0.1～3 重量%配合された酸化防止剤であることを特徴とする潤滑組成物。

【請求項 2】

潤滑組成物を封入してなる潤滑組成物封入軸受であって、前記潤滑組成物が請求項 1 記載の潤滑組成物であることを特徴とする潤滑組成物封入軸受。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

この発明は潤滑組成物および該潤滑組成物封入軸受に関する。

【0002】

【従来の技術】

各種産業機械や車両等に組み込まれる転がり軸受には、潤滑性を付与するために潤滑組成物が封入される。この潤滑組成物は基油と増ちょう剤と添加剤とを混練して得られ、基油としては鉱油やエステル油、シリコーン油、エーテル油等の合成潤滑油が、また増ちょう剤としてはリチウム石けん等の金属石けんやウレア化合物が一般的に使用されている。また、添加剤としては、必要に応じて酸化防止剤、さび止剤、金属不活性剤、粘度指数向上剤などの各種添加剤が配合される。

近年、家電や産業機器などに使用される軸受は、高温高速回転で使用される。また、静音性、高温高速耐久性、小さい回転トルク、およびフレッティング性に優れていることが要求されている。

従来、高温耐久性に優れたグリースなどの潤滑組成物として、基油にウレア系増ちょう剤等を配合した潤滑組成物が知られている（特開平9-208982号、特開平11-270566号、特開2001-107073号等）。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】

しかしながら、軸受に封入することで、高温高速耐久性に優れるとともに、フレッティング性に優れ、回転トルクを低下させ、静音性に優れる潤滑組成物は得られていないという問題がある。例えば、高温高速耐久性を向上させるためには基油としてエステル油が好ましいが、フレッティング性を向上させるためには合成炭化水素油が好ましい。また、回転

20

30

40

50

トルクは潤滑組成物の粘度が低いと小さくなるが、高温高速耐久性を低下するため、全ての特性を満足する潤滑組成物を得ることは極めて困難である。本発明は、このような問題に対処するためになされたもので、静音性と高温高速耐久性を兼ね備え、かつ回転トルクが小さく、フレッティング性に優れた潤滑組成物およびこの潤滑組成物を封入した潤滑組成物封入軸受の提供を目的とする。

【0004】

【課題を解決するための手段】

本発明に係る潤滑組成物は、基油、増ちょう剤および添加剤を含む潤滑組成物において、

(A) 基油が後述する所定の混合油であり、(B) 増ちょう剤が、潤滑組成物全体に対して、5～20重量%含む後述する所定の脂肪族ジウレア化合物であり、(C) 添加剤が、アミン系酸化防止剤およびイオウを含む酸化防止剤を、該酸化防止剤を除いた潤滑組成物全体に対して、それぞれ0.1～3重量%配合された酸化防止剤であることを特徴とする。

本発明に係る潤滑組成物封入軸受は、上記潤滑組成物を封入してなることを特徴とする。

【0005】

軸受に封入して、軸受としての静音性、高温高速耐久性、回転トルク、およびフレッティング性の全ての特性を満足する潤滑組成物について検討した。

分散性の優れた増ちょう剤を使用すると静音性が向上することが分かった。分散性の優れた増ちょう剤の中でも脂肪族ジウレア化合物がより静音性を向上させることができた。また、増ちょう剤の中でも脂肪族ジウレア化合物がより静音性を向上させることができた。たとえば、高溫高速耐久性に優れる基油の種類・特性および添加剤を検討した結果、上記(A)および(C)の条件のとき、最も高溫高速耐久性が向上した。また、この条件とすることにより、回転トルクおよびフレッティング性がともに向上することが分かった。

以上の結果、上記(A)、(B)および(C)の条件を満たす潤滑組成物とすることにより、静音性、高溫高速耐久性、回転トルク、およびフレッティング性の全ての特性を満足する潤滑組成物が得られた。本発明はこのような知見に基づくものである。

【0006】

【発明の実施の形態】

本発明に使用できる基油は以下の条件を満たす基油である。

(イ) 組成が合成炭化水素油とエステル油の混合油；

(ロ) 上記混合油の40℃における動粘度が $70 \text{ mm}^2/\text{sec}$ 以下；

(ハ) 上記混合油全体に対する上記エステル油の割合が30～70重量%；

(ニ) 上記合成炭化水素油および上記エステル油の40℃における動粘度がそれぞれ $40 \text{ mm}^2/\text{sec}$ 以上。

【0007】

本発明に使用できる合成炭化水素油は脂肪族系炭化水素油が好ましく、脂肪族系炭化水素油の中でもポリ- α -オレフィン油、 α -オレフィンとオレフィンとの共重合体等がより好ましい。

これらは、 α -オレフィンの低重合体であるオリゴマーとし、その末端二重結合に水素を添加した構造である。また、ポリ α -オレフィンの1種であるポリブテンも使用でき、これはイソブチレンを主体とする出発原料から塩化アルミニウム等の触媒を用いて重合して製造できる。ポリブテンは、そのまま用いても水素添加して用いてよい。

合成炭化水素油は室温で液状を示し、40℃における動粘度が $40 \text{ mm}^2/\text{sec}$ 以上である。好ましくは $40 \sim 60 \text{ mm}^2/\text{sec}$ である。 $40 \text{ mm}^2/\text{sec}$ 未満であると、短時間で基油が劣化し、生成した劣化物が基油全体の劣化を促進するため、高溫高速耐久性に劣る。

【0008】

本発明で使用できるエステル油は分子内にエステル基を有し室温で液状を示す化合物である。好適なエステル油としては芳香族エステル油、ポリオールエステル油が挙げられる。芳香族エステル油は、芳香族多塩基酸またはその誘導体と、高級アルコールとの反応で得られる化合物が好ましい。芳香族多塩基酸としてはトリメリット酸、ビフェニルトリカル

10

20

30

40

50

ポン酸、ナフタレントリボン酸などの芳香族三塩基酸、ピロ¹シト酸、ビフェニルテトラカルボン酸、ベンゾフェノンテトラカルボン酸、ナフタレンテトラカルボン酸などの芳香族四塩基酸、またはこれらの酸無水物などの誘導体が挙げられる。高級アルコールとしてはオクチルアルコール、デシルアルコール等炭素数4以上の脂肪族一価アルコールが好ましい。芳香族エステル油の例としてはトリオクチルトリメリテート、トリデシルトリメリテート、テトラオクチルピロメリテートなどが挙げられる。

【0009】 ポリオールエステル油はポリオールと一塩基酸との反応で得られる分子内にエステル基を複数個有する化合物が好ましい。ポリオールに反応させる一塩基酸は単独で用いてもよく、また混合物として用いてもよい。なお、オリゴエステルの場合には二塩基酸を用いても

10

よい。ポリオールとしては、トリメチロールプロパン、ペンタエリスリトール、ジペンタエリスリトール、ネオペンチルグリコール、2-メチル-2-プロピル-1,3-プロパンジオール等が挙げられる。

一塩基酸としては、炭素数4~18の一価の脂肪酸が挙げられる。例えば、吉草酸、カブリル酸、カブリル酸、エナント酸、ペラルゴン酸、カプリン酸、ウンデカン酸、ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、牛脂酸、ステアリン酸、カプロレイン酸、ウンデシレン酸、リンデル酸、ツズ酸、フィゼテリン酸、ミリストレイン酸、パルミトレイン酸、ペトロセリン酸、オレイン酸、エライジン酸、アスクレピン酸、バクセン酸、ソルビン酸、リノール酸、リノレン酸、サビニン酸、リシノール酸などが挙げられる。

20

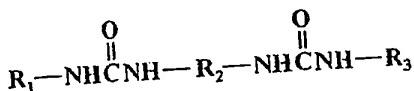
【0010】 エステル油の40℃における動粘度は40 mm²/sec以上である。好ましくは40~100 mm²/secである。40 mm²/sec未満であると、短時間で基油が劣化し、生成した劣化物が基油全体の劣化を促進するため、高温高速耐久性に劣る。

【0011】 本発明に使用できる基油は、上記合成炭化水素油とエステル油との混合油である。その混合割合は、混合油全体に対するエステル油の割合が30~70重量%、かつ、その混合割合は、混合油全体に対するエステル油の割合が70 mm²/sec以下である。エステル油の割合油の40℃における動粘度が70 mm²/sec未満であると高温高速耐久性に劣り、70重量%をこえるとフレッ合が30重量%未満であると高温高速耐久性に劣り、70重量%をこえるとフレッティング性が低下する。また、混合油の40℃における動粘度が70 mm²/secをこえると、回転トルクが上昇する。

30

【0012】 本発明に使用できる増ちょう剤は、分散したときに微細粒子となる脂肪族ジウレア化合物であり、下記式(1)で示される。

【化2】



40

(1)

ここで、R₁およびR₃は炭素数6~20の脂肪族炭化水素基であり、R₂は炭素数6~15の芳香族炭化水素基である。R₁およびR₃は同一であっても異なっていてもよい。

R₁およびR₃で示される脂肪族炭化水素基は、直鎖状炭化水素が好ましく、オクチルアミン等のアミノ基を除いた残基が挙げられる。

R₂で示される芳香族炭化水素基は芳香族单環、芳香族縮合環、これらがメチレン鎖、シアン等のアミノ基を除いた残基が挙げられる。具体的には、ジフェニルメアヌル環、イソシアヌル環等で連結された基等が挙げられる。これらジイソシアネート類の二量体タンジイソシアネート、トリレンジイソシアネート、これらジイソシアネート類の二量体

50

等のインシアネット基をもつた残基が挙げられる。芳香族炭化水素とすることにより、高温高速耐久性が向上する。

【0013】ウレア系増ちょう剤は、イソシアネート化合物とアミノ化合物を反応させることにより得られる。反応性ある遊離基を残さないため、イソシアネート化合物のイソシアネート基とアミノ化合物のアミノ基とは略当量となるように配合することが好ましい。基油中へ増ちょう剤を配合するときは、基油中でイソシアネート化合物とアミノ化合物とを反応させてもよく、またあらかじめ合成されたウレア系増ちょう剤を基油に混合してもよい。好ましい作製方法は、潤滑組成物の安定性を保ちやすい前者の方法である。

【0014】 上記ウレア系増ちょう剤の配合割合は、潤滑組成物全体に対して 5～20 重量%である。5 重量%未満では、潤滑組成物が粘度の低い液状となって漏洩しやすく軸受に封入することが困難になる。また 20 重量%をこえると固化しやすくなり、軸受封入用の潤滑組成物として実用性がなくなる。

【0015】
 本発明で使用できるアミン系酸化防止剤は、p, p' -ジオクチルジフェニルアミン、N, N' -ジ-sec-ブチル-p, N' -ジイソプロピル-p-フェニレンジアミン、N, N' -ジ-*s*-ブチル-p-フェニレンジアミンなどのアルキルジフェニルアミン、フェニル-1-ナフチルアミン、フェニル-2-ナフチルアミン、ジフェニル-p-フェニレンジアミン、ジピリジルアミン、オレイルアミドアミン等が挙げられる。
 本発明で使用できるイオウを含む酸化防止剤は、フェノチアジン、N-メチルフェノチアジン、N-エチルフェノチアジン、3, 7-ジオクチルフェノチアジン、アルキルジチオリン酸金属塩、ジラウリルチオジプロピオネート、ジステアリルチオジプロピオネート、ジミリストチルチオジプロピオネート、ジトリデシルチオジプロピオネートなどのイオウ系酸化防止剤等が挙げられる。

【0016】アミン系酸化防止剤は特にエスチル油の高温高速耐久性を、イオウ系酸化防止剤は合成炭化水素油の高温高速耐久性をそれぞれ向上させる。そのため、本発明においては、アミン系酸化防止剤およびイオウを含む酸化防止剤を、該酸化防止剤を除いた潤滑組成物全体に対して、それぞれ該潤滑組成物全体の 0.1~3 重量%配合させることにより、全体として高温高速耐久性に優れた潤滑組成物が得られる。

として高温高速耐久性に優れること。
【0017】本発明に係る潤滑組成物には、その優れた性能を高めるため、必要に応じて他の公知の添加剂を含有させることができる。この添加剂として、例えば、塩素系、イオウ系、リン系、有機モリブデンなど極圧剤、石油スルホネート、ジノニルナフタレンスルホネート、ソルビタンエステルなどのさび止剤、ベンゾトリアゾール、亜硝酸ソーダなどの金属不活性剤、ポリメタクリレート、ポリイソブチレン、ポリスチレンなどの粘度指数向上剤などが挙げられ、これらを単独または2種類以上組み合わせて添加できる。

【0018】 本発明に係る軸受の一例を図1に示す。図1は小径転がり軸受の断面図である。軸受1は、外周面に内輪転走面を有する内輪2と内周面に外輪転走面を有する外輪3と共に同心に配置され、内輪転走面と外輪転走面との間に介在される複数個の転動体4および示を省略した保持器およびシール部材により構成される。内輪2と外輪3との間に上記した潤滑組成物5が封入される。

【0019】
本発明に係る軸受は、上記潤滑組成物を封入するので、静音性、高温高速耐久性、回転トルク、およびフレッティング性の全ての特性を満足する軸受が得られる。その結果、例えば 150℃程度の温度で使用されるモータ、電装補機、汎用モータ、サーボモータ用軸受として用いることができる。

【0020】

【実施例】

実施例1、実施例2、比較例1～7

表1に示す配合割合で基油、増ちょう剤の原料および酸化防止剤を使用して潤滑組成物を作製した。なお、表1および表2に示すエステル油1は新日鉄化学社製商品名ハトコールH2362、エステル油2は旭電化工業社製商品名LX275、エステル油3は花王社製商品名カオループ268、合成炭化水素油1は新日鉄化学社製商品名シンフルード801、合成炭化水素油2は新日鉄化学社製商品名シンフルード601をそれぞれ用いた。

ジイソシアートを基油半量に加熱溶解させ、これに表1記載のアミンを同基油半量に加熱溶解させたものを加えた。アミンの配合量は、モル比でジイソシアートの2倍である。生成したゲル状物質に酸化防止剤を加え攪拌した後、ロールミルに通し、潤滑組成物として半固形状の潤滑グリースを得た。なお、表1において、基油および増ちょう剤の各配合割合は、基油および増ちょう剤全体を100重量%とした場合の含有率(重量%)であり、酸化防止剤は、基油および増ちょう剤全体に対する含有率(重量%)である。得られた潤滑組成物の混和ちょう度の測定結果と、用いた基油の粘度測定結果を表1に示した。また、以下に示す音響測定、高温高速耐久性試験、回転トルク試験およびフレッティング試験を行ない、これらの結果を表1に併記した。

【0021】

(1) 音響測定

潤滑組成物を封入した転がり玉軸受(軸受寸法:内径8mm、外径22mm、幅7mm)を用意して、この軸受に7.8Nのアキシャル荷重をかけ、1800rpmで30秒運転し、振動値G(RMS値)を測定した。下記のように2段階評価し、その結果を表1に併記する。

○印: 振動値が30mG未満

×印: 振動値が30mG以上

【0022】

(2) 高温高速耐久性試験

転がり軸受(軸受寸法:内径20mm、外径47mm、幅14mm)に潤滑組成物を0.7g封入し、軸受外輪外径部温度150°C、ラジアル荷重67N、アキシャル荷重67Nの下で10000rpmの回転数で回転させ、焼き付きに至るまでの時間を測定した。試験結果を表1に併記する。

(3) 回転トルク試験

転がり軸受(軸受寸法:内径20mm、外径47mm、幅14mm)に潤滑組成物を1.8g封入し、回転数8000rpm、室温雰囲気、アキシャル荷重39.2Nで回転させた。回転開始してから10分後、軸受で発生する回転トルクの平均値を算出した。算出した回転トルクの平均値を下記のように2段階評価し、その結果を表1に併記する。

○印: 回転トルクが 5×10^{-2} Nm未満

×印: 回転トルクが 5×10^{-2} Nm以上

【0023】

(4) フレッティング試験

51204軸受(スラスト玉軸受:軸受寸法:内径20mm、外径40mm)の内部に潤滑組成物を塗布し、振動数30Hz、揺動角:12度、雰囲気温度:室温、アキシャル荷重2450Nで2時間連続して振動させた。そして、上記試験後、摩耗による軸受の重量減少を測定し、下記のように3段階に評価し、その結果を表1中に併記する。重量減少の値が小さいほど耐フレッティング摩耗性に優れた潤滑グリースといえる。

○印: 摩耗重量減少が3mg未満

×印: 摩耗重量減少が3mg以上

【0024】

10

20

30

40

50

上記試験とともに、以下に示す、酸化防止剤を配合した基油原料の熱劣化耐久試験を行なった。

(5) 热劣化耐久試験

表2に示す基油原料に、表2に示す酸化防止剤を2重量%添加し、この酸化防止剤添加油を口径 $\phi 37\text{ mm}$ のビーカに10g入れ、 150°C 雰囲気1000時間放置した。1000時間放置後の酸化防止剤添加油の重量減少を測定し、初期重量との比より、重量減少率%を算出した。同様の試験を酸化防止剤未添加油で行ない、酸化防止剤未添加油の重量減少率%を100とした場合の酸化防止剤添加油の重量減少率%値を表2に併記する。表2中の値が小さいほど、重量減少が少なく、熱劣化耐久性に優れた油と添加剤の組み合わせである。

10

【0025】

【表1】

	実施例		比較例						
	1	2	1	2	3	4	5	6	7
配合(重量%)									
基油									
エステル油1 ^{*1}	60.9	-	-	-	60.9	-	-	87	26.1
エステル油2 ^{*2}	-	17.2	-	-	-	-	-	-	-
エステル油3 ^{*3}	-	-	-	-	-	86	42.5	-	-
合成炭化水素油1 ^{*4}	26.1	68.8	85	85	26.1	-	42.5	-	-
合成炭化水素油2 ^{*5}	-	-	-	-	-	-	-	-	60.9
増ちょう剤									
アミン									
オクチルアミン	6.6	7.1	7.6	4.1	3.5	6.2	7.6	6.6	6.6
シクロヘキシリアルアミン	-	-	-	3.1	2.7	-	-	-	-
ジイソシアナート									
MDI ^{*6}	6.4	6.9	7.4	7.8	6.8	7.8	7.4	6.4	6.4
酸化防止剤 ^{*7}	2	2	2	2	2	2	2	2	2
酸化防止剤 ^{*8}	2	2	-	2	2	2	2	2	2
特性									
基油粘度(40°C , mm^2/s)	60	45	46	46	60	33	40	72	40
混和ちょう度(JIS K2220)	250	260	240	240	260	260	260	240	250
音響測定	○	○	○	×	×	○	○	○	○
高温高速試験, h	2500	2000	600	1500	2300	500	400	1600	800
回転トルク試験	○	○	○	○	○	○	○	×	○
フレッティング試験	○	○	○	○	○	×	○	×	○

*1: ポリオールエステル油 $72\text{mm}^2/\text{s}$ (40°C)*2: ポリオールエステル油 $44\text{mm}^2/\text{s}$ (40°C)*3: ポリオールエステル油 $33\text{mm}^2/\text{s}$ (40°C)*4: $46\text{mm}^2/\text{s}$ (40°C)*5: $30\text{mm}^2/\text{s}$ (40°C)

*6: ジフェニルメタンジイソシアナート

*7: アルキル化ジフェニルアミン

*8: アルキルジチオリン酸亜鉛

20

30

40

【0026】

【表2】

	未添加	酸化防止剤 ^{*7}	酸化防止剤 ^{*8}
エステル油1 ^{*1}	100	8.6	78.2
エステル油2 ^{*2}	100	34.5	89.5
エステル油3 ^{*3}	100	49.2	96.0
合成炭化水素油1 ^{*4}	100	106.7	33.8
合成炭化水素油2 ^{*5}	100	78.9	39.8

【0027】

10

【発明の効果】

本発明に係る潤滑組成物は、(A) 基油が所定の混合油であり、(B) 増ちょう劑が、潤滑組成物全体に対して、5～20 重量%含む所定の脂肪族ジウレア化合物であり、(C) 添加剤が、アミン系酸化防止剤およびイオウを含む酸化防止剤を、該酸化防止剤を除いた潤滑組成物全体に対して、それぞれ 0.1～3 重量%配合された酸化防止剤であるので、軸受に用いたとき、静音性と高温高速耐久性を兼ね備え、かつ回転トルクが小さく、フレッティング性に優れる。

本発明に係る軸受は、上記潤滑組成物を封入してなるので、静音性、高温高速耐久性、回転トルク性、フレッティング性の全てを満足する軸受が得られる。

【図面の簡単な説明】

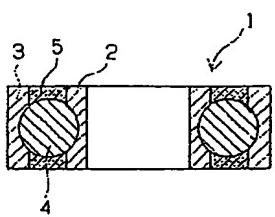
20

【図1】小径転がり軸受の断面図である。

【符号の説明】

- 1 転がり軸受
- 2 内輪
- 3 外輪
- 4 転動体
- 5 潤滑組成物

【図1】



フロントページの続き

(51) Int. Cl. 7

F I

テーマコード(参考)

C 10M 133/12

C 10M 133/12

C 10M 135/26

C 10M 135/26

C 10M 135/36

C 10M 135/36

C 10M 137/10

C 10M 137/10

A

F 16C 33/66

F 16C 33/66

A

// C 10N 10:04

C 10N 10:04

C 10N 20:02

C 10N 20:02

C 10N 40:02

C 10N 40:02